

WEST

Generate Collection

Print

L1: Entry 8 of 12

File: DWPI

Feb 25, 1997

DERWENT-ACC-NO: 1997-199172

DERWENT-WEEK: 199718

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Optical disk substrate - uses polycarbonate resin whose viscosity is between 0.2-0.4

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

TEIJIN KASEI LTD

TEIQ

PRIORITY-DATA: 1995JP-0140585 (June 7, 1995)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES

MAIN-IPC

JP 09054982 A

February 25, 1997

008

G11B007/24

APPLICATION-DATA:

PUB-NO

APPL-DATE

APPL-NO

DESCRIPTOR

JP 09054982A

August 10, 1995

1995JP-0204619

INT-CL (IPC): G11 B 7/24; G11 B 7/26

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 09054982A

BASIC-ABSTRACT:

The substrate is made of polycarbonate resin which comprises carbonate element reacted with divalent phenol. The viscosity of the resin is 0.2-0.4.

The particle conversion diameter per 1g of polycarbonate resin is above 0.5micrometer in a solution of chlorinated methylene solution. The amount of water absorbed by 1micrometer of the resin 0.2% by weight.

ADVANTAGE - Reduces disk error rate. Reduces amount of moisture absorbed.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: OPTICAL DISC SUBSTRATE POLYCARBONATE RESIN VISCOSITY

DERWENT-CLASS: A23 A85 L03 T03 W04

CPI-CODES: A05-E06B; A12-L03C; L03-G04B;

EPI-CODES: T03-B01A1; T03-B01D1; T03-B01E; W04-C01A; W04-C01E;

ENHANCED-POLYMER-INDEXING:

Polymer Index [1.1] 018 ; P0862 P0839 F41 F44 D01 D63 ; S9999 S1456*R Polymer Index [1.2] 018 ; B9999 B3678 B3554 ; B9999 B5209 B5185 B4740 ; Q9999 Q8935*R Q8924 Q8855 ; B9999 B3509 B3485 B3372 ; ND01

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1997-063757

WEST



Generate Collection

Print

L1: Entry 2 of 12

File: JPAB

Feb 25, 1997

PUB-NO: JP409054982A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 09054982 A

TITLE: OPTICAL DISK SUBSTRATE AND ITS PRODUCTION

PUBN-DATE: February 25, 1997

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

TOKUDA, TOSHIMASA

NAKAHIRO, HIDEKI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

TEIJIN CHEM LTD

APPL-NO: JP07204619

APPL-DATE: August 10, 1995

INT-CL (IPC): G11 B 7/24; G11 B 7/26

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an optical disk substrate attaining accurate transfer of pits, ensuring a low error rate and less liable to warp by moisture absorption with polycarbonate resin from 2,2-bis(3-methyl-4-hydroxyphenyl)propane.

SOLUTION: This optical disk substrate is formed with polycarbonate resin obtd. by allowing a carbonate precursor to react with dihydric phenol, mainly 2,2-bis(3-methyl-4-hydroxyphenyl)propane. The specific viscosity of the polycarbonate resin is 0.2-0.4. When the resin is dissolved in methylene chloride, the number of undissolved particles each having $\geq 0.5\mu\text{m}$ diameter measured in the resultant soln. is $\leq 25,000$ per 1g of the resin and the number of undissolved particles each having $\geq 1\mu\text{m}$ diameter is ≤ 500 . The resin has $\leq 0.2\text{wt.}\%$ water absorption.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-54982

(43) 公開日 平成9年(1997) 2月25日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 1 1 B 7/24	5 2 6	8721-5D	G 1 1 B 7/24	5 2 6 G
7/26	5 2 1	8721-5D	7/26	5 2 1

審査請求 未請求 請求項の数17 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平7-204619

(22) 出願日 平成7年(1995) 8月10日

(31) 優先権主張番号 特願平7-140585

(32) 優先日 平7 (1995) 6月7日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000215888

帝人化成株式会社

東京都千代田区内幸町1丁目2番2号

(72) 発明者 徳田 俊正

東京都千代田区内幸町1丁目2番2号 帝人化成株式会社内

(72) 発明者 中廣 英樹

東京都千代田区内幸町1丁目2番2号 帝人化成株式会社内

(74) 代理人 弁理士 前田 純博

(54) 【発明の名称】 光ディスク基板及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパンからのポリカーボネート樹脂を用いてビットを正確に転写し、エラーレートが良好な且つ吸湿による反りの少ない光ディスク基板を提供する。

【解決手段】 2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパンを主とする二価フェノールにカーボネート前駆物質を反応させて得られるポリカーボネート樹脂より形成され、該ポリカーボネート樹脂は (A) 比粘度が0.2~0.4であり、(B) 塩化メチレン溶液中で測定された未溶解粒子がポリカーボネート樹脂1g 当り粒子換算直径0.5 μ m 以上のものが25,000個以下、1 μ m 以上のものが500個以下であり且つ (C) 吸水率が0.2重量%以下であることを満足する樹脂により形成されていることを特徴とする光ディスク基板及びその製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパンを主とする二価フェノールにカーボネート前駆物質を反応させて得られるポリカーボネート樹脂より形成され、該ポリカーボネート樹脂は

(A) その0.7gを塩化メチレン100mlに溶解した溶液の20℃において測定された比粘度が0.2~0.4であり、(B) その塩化メチレン溶液中で測定された未溶解粒子がポリカーボネート樹脂1g当り粒子換算直径0.5 μ m以上のものが25,000個以下、1 μ m

以上のものが500個以下であり且つ(C) 吸水率が0.2重量%以下であることを満足する樹脂により形成されていることを特徴とする光ディスク基板。

【請求項2】 該ポリカーボネート樹脂は、全光線透過率が少なくとも85%である請求項1記載の光ディスク基板。

【請求項3】 該ポリカーボネート樹脂は、斜め入射複屈折位相差値が60nm以下である請求項1又は2記載の光ディスク基板。

【請求項4】 該ポリカーボネート樹脂は、光弾性定数値が $60 \times 10^{-13} \text{ cm}^2 / \text{dyn}$ 以下である請求項1~3のいずれか1項記載の光ディスク基板。

【請求項5】 該ポリカーボネート樹脂は、塩素含量が10ppm以下である請求項1~4のいずれか1項記載の光ディスク基板。

【請求項6】 該ポリカーボネート樹脂は、本文に定義された方法によって測定されたオリゴマー含量が10%以下である請求項1~5のいずれか1項記載の光ディスク基板。

【請求項7】 該ポリカーボネート樹脂は、燐系安定剤を燐原子に換算して1~150ppm含有する請求項1~6のいずれか1項記載の光ディスク基板。

【請求項8】 燐系安定剤が燐酸エステルである請求項7記載の光ディスク基板。

【請求項9】 燐系安定剤が、燐原子に換算して1~100ppmの燐酸エステル及び燐原子に換算して1~25ppmの亜燐酸エステルである請求項7記載の光ディスク基板。

【請求項10】 該ポリカーボネート樹脂は、炭素原子数2~5の多価アルコールと炭素原子数10~30の飽和脂肪酸との部分エステル又は全エステルを50~2000ppm含有する請求項1~9のいずれか1項記載の光ディスク基板。

【請求項11】 2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパンを主とする二価フェノールにカーボネート前駆物質を反応させて得られるポリカーボネート樹脂であって(A) その0.7gを塩化メチレン100mlに溶解した溶液の20℃において測定された比粘度が0.2~0.4であり、(B) その塩化メチレン溶液中で測定された未溶解粒子がポリカーボネート樹脂

1g当り粒子換算直径0.5 μ m以上のものが25,000個以下、1 μ m以上のものが500個以下であり且つ(C) 吸水率が0.2重量%以下であるポリカーボネート樹脂を型締め力10~60トン、樹脂温度290~330℃、金型温度60~110℃で射出成形することを特徴とする光ディスク基板の製造方法。

【請求項12】 射出成形時の射出速度が50~700mm/秒である請求項11記載の光ディスク基板の製造方法。

【請求項13】 射出成形時の保圧が25~60kg/cm²である請求項11又は12記載の光ディスク基板の製造方法。

【請求項14】 射出成形するポリカーボネート樹脂は、燐系安定剤を燐原子に換算して1~150ppm配合した樹脂組成物である請求項11~13のいずれか1項記載の光ディスク基板の製造方法。

【請求項15】 燐系安定剤が燐酸エステルである請求項14記載の光ディスク基板の製造方法。

【請求項16】 燐系安定剤が、燐原子に換算して1~100ppmの燐酸エステル及び燐原子に換算して1~25ppmの亜燐酸エステルである請求項14記載の光ディスク基板の製造方法。

【請求項17】 射出成形するポリカーボネート樹脂は、炭素原子数2~5の多価アルコールと炭素原子数10~30の飽和脂肪酸との部分エステル又は全エステルを50~2000ppm配合した樹脂組成物である請求項11~16のいずれか1項記載の光ディスク基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、光ディスク基板及びその製造方法に関する。更に詳しくは、吸湿による反りが少なく、ビットを正確に転写し且つエラーレート(BLER)が良好な光ディスク基板及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、代表的なポリカーボネート樹脂として2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(通称ビスフェノールA)にホスゲンやジフェニルカーボネート等のカーボネート前駆物質を反応させて得られるポリカーボネート樹脂は透明性、耐熱性、機械的特性、寸法精度等に優れているがゆえにエンジニアリングプラスチックとして幅広く用いられている。また、近年光ディスク基板材料、特に音楽用のコンパクトディスク材料として多量用いられている。かかる光ディスク基板の製造方法として、特定分子量のビス(ヒドロキシフェニル)アルカン系ポリカーボネート樹脂を樹脂温度330~400℃、金型温度50~110℃で射出成形することが提案されている(特公昭63-56043号公報)。しかしながら、ビスフェノールAからのポリカー

ポネート樹脂は複屈折が大きく、反りが発生し易い等の問題を有している。これらの問題は、音楽用のコンパクトディスクよりもより情報量の多い光ディスク基板に用いるには極めて重大な問題であり、これらの問題を解決しない限り、かかる光ディスク基板に用いることは困難である。

【0003】また、2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパンにカーボネート前駆物質を反応させて得られるポリカーボネート樹脂は、ビスフェノールAからのポリカーボネート樹脂に比較して複屈折が小さく、透明性、溶液安定性、機械特性に優れており、電子写真感光体分野に用いられている。また近年その優れた光学特性を利用して光ディスク基板用途も提案されている(特開昭62-39624号公報)。しかしながら、このポリカーボネート樹脂に上記射出成形条件を適用すると、スタンパーからのビットの転写性不足やエラーレート(BLER)が大きい等の問題があり、従来の射出成形法では良好な光ディスク基板が得られなかった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパンからのポリカーボネート樹脂を用いてビットを正確に転写し、エラーレート(BLER)が良好な且つ吸湿によるソリの少ない光ディスク基板を提供することにある。

【0005】本発明者はこの目的を達成せんとして鋭意研究を重ねた結果、極めて厳しい特定の条件を満たした上記ポリカーボネート樹脂を用い、特定の射出成形条件を採用することにより、はじめて上記目的を達成できることを見出し、本発明に到達した。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の1は、2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパンを主とする二価フェノールにカーボネート前駆物質を反応させて得られるポリカーボネート樹脂より形成され、該ポリカーボネート樹脂は(A)その0.7gを塩化メチレン100mlに溶解した溶液の20℃において測定された比粘度が0.2~0.4であり、(B)その塩化メチレン溶液中で測定された未溶解粒子がポリカーボネート樹脂1g当り粒子換算直径0.5 μ m以上のものが25,000個以下、1 μ m以上のものが500個以下であり且つ(C)吸水率が0.2重量%以下であることを満足する樹脂により形成されていることを特徴とする光ディスク基板に係るものである。

【0007】本発明の2は、2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパンを主とする二価フェノールにカーボネート前駆物質を反応させて得られるポリカーボネート樹脂であって(A)その0.7gを塩化メチレン100mlに溶解した溶液の20℃において測

定された比粘度が0.2~0.4であり、(B)その塩化メチレン溶液中で測定された未溶解粒子がポリカーボネート樹脂1g当り粒子換算直径0.5 μ m以上のものが25,000個以下、1 μ m以上のものが500個以下であり且つ(C)吸水率が0.2重量%以下であるポリカーボネート樹脂を型締力10~60トン、樹脂温度290~330℃、金型温度60~110℃で射出成形することを特徴とする光ディスク基板の製造方法である。

10 【0008】本発明で光ディスク基板の材料であるポリカーボネート樹脂は、2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパンを主とする二価フェノールにカーボネート前駆物質を反応させて得られる。ここで使用する2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパンは、その合成時に副生する不純物を極力除去した99.0%以上の高純度のものが好ましい。99.0%未満では得られたポリカーボネート樹脂が着色するようになる。また本発明の主旨を逸脱しない範囲(通常20モル%以下、好ましくは10モル%以下)で2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパンの一部を他の二価フェノールで置換えてもよい。他の二価フェノールとしては例えば2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(通称ビスフェノールA)、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-3-エチルフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-3-プロピルフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-3-sec-ブチルフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-tert-ブチルフェニル)プロパン、4, 4-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ヘプタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ブタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ペンタン等があげられる。また少量の三官能化合物を併用することもできる。上記二価フェノールに反応させるカーボネート前駆物質としては例えばホスゲン、ジフェニルカーボネート等があげられる。

30 【0009】上記二価フェノールとカーボネート前駆物質からポリカーボネート樹脂を製造する反応は、通常のビスフェノールAからのポリカーボネート樹脂を製造する際に採用する反応、例えば二価フェノールとホスゲンとの界面重縮合反応、又は二価フェノールとジフェニルカーボネートとのエステル交換反応が好ましく採用される。

50 【0010】界面重縮合反応では、通常酸結合剤及び有機溶媒の存在下に反応を行う。酸結合剤としては例えば水酸化ナトリウムや水酸化カリウム等のアルカリ金属の水酸化物、ヒリジン等が用いられる。有機溶媒としては例えば塩化メチレン、クロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素が用いられる。また反応促進のために例えば第三級アミンや第四級アンモニウム塩等の触媒を用いることができ、分子量調節剤として例えばフェノールやp-te

5

rt-ブチルフェノールのようなアルキル置換フェノール等の末端停止剤を用いることが望ましい。反応温度は通常0~40℃、反応時間は数分~5時間、反応中のpHは10以上に保つのが好ましい。

【0011】エステル交換反応では、不活性ガスの存在下に二価フェノールとジフェニルカーボネートを混合し、減圧下通常120~350℃で反応させる。減圧度は段階的に変化させ、最終的には1mmHg以下にして生成したフェノール類を系外に留去させる。反応時間は通常1~4時間程度である。また、必要に応じて分子量調節剤や酸化防止剤を加えてもよい。

【0012】かくして得られるポリカーボネート樹脂は、その比粘度が0.2~0.4であることが必要であり、0.25~0.33が好ましい。比粘度が0.2未満では得られる光ディスク基板が脆くなり、比粘度が0.4より高くなると熔融流動性が悪化し、成形不良を生じ、光学的に良好な光ディスク基板が得られ難くなる。この比粘度はポリカーボネート樹脂0.7gを塩化メチレン100mlに溶解して20℃で測定した比粘度であり、上記比粘度のポリカーボネート樹脂を製造するには、例えばホスゲン法では所定量の末端停止剤を用いればよく、エステル交換法では反応系の熔融粘度の制御や留出フェノール量の制御等によって調整すればよい。

【0013】また上記ポリカーボネート樹脂は、塩化メチレン溶液にして測定された未溶解粒子数が特定値以下でなければならない。即ち、ポリカーボネート樹脂20gを塩化メチレン1リットルに溶解した溶液をハイアックロイコ社製の液体パーティクルカウンターモデル4100を用いたレーザーセンサー法にて散乱光をラテックス粒子の散乱光に換算する方法で求めた未溶解粒子の径0.5 μm 以上のものがポリカーボネート樹脂1g当たり25,000個以下で且つ1 μm 以上のものが500個以下であることが必要である。0.5 μm 以上の未溶解粒子が25,000個を越え且つ1 μm 以上の未溶解粒子が500個を越えると光ディスクに書き込まれた情報ビットに悪影響を及ぼし、エラーレート(BLER)が大きくなる。更に好ましくは0.5 μm 以上の未溶解粒子が20,000個以下で且つ1 μm 以上の未溶解粒子が200個以下である。また10 μm 以上の未溶解粒子は実質的に存在すべきでない。未溶解粒子量が規定値以下の上記ポリカーボネート樹脂を製造するには、重縮合過程及び造粒過程において未溶解粒子が混入しないか又は除去し得る手段を採用すべきである。かかる手段としては例えば操作をクリーンルームで行うこと、未溶解粒子の除去装置の付いた造粒装置(具体例として後述の実施例1で使用した軸受け部に異物取出口を有する隔離室を設けたニーダー)を用いること、摺動部分に樹脂粒子が触れない構造の装置(例えばスプレッドライヤー形式の造粒機)で造粒すること等がある。また未溶解粒子を除去する手段として樹脂の溶液を目開き(0.5~1

6

μm)の小さいフィルターにより濾過する方法、樹脂を溶解してフィルター(目開き10~40 μm)により固体粒子を除去する方法等が採用される。

【0014】更に上記ポリカーボネート樹脂は、ASTM D-0570によって測定した吸水率が0.2重量%以下であることが必要であり、0.17重量%以下であることが好ましい。吸水率が0.2重量%を越えると、光ディスク基板の表面上に金属膜を施した光ディスクが、吸水によって反りを生じ易くなり、トラッキングエラーを起こし易くなる。特に好ましい吸水率は0.15重量%以下である。

【0015】また日本電色(株)製シグマ80を用いてASTM D-1003によって測定した全光線透過率が85%以上であることが好ましく、90%以上であることがより好ましい。またオーク社製の自動複屈折測定装置エリプソメータADR-200Bを用いて入射角30°で測定した斜め入射複屈折位相差の値が60nm以下であることが好ましく、40nm以下であることがより好ましい。この斜め入射複屈折位相差の値が60nmを越えると、光ディスクとして使用した場合記録の読取りに支障を来すようになる。更に理研計器(株)製の光弾性測定装置PA-150を用いて測定した光弾性定数の値が $60 \times 10^{-13} \text{ cm}^2 / \text{dyn}$ 以下であることが好ましく、 $50 \times 10^{-13} \text{ cm}^2 / \text{dyn}$ 以下であることがより好ましい。上記ポリカーボネート樹脂がカーボネート前駆物質としてホスゲンを使用し、また溶媒として塩化メチレン等の塩素系溶媒を使用する界面重縮合反応により製造した場合、塩素が少なからず残存している。この塩素の残存量が多いと、成形金型が腐食したり、ポリカーボネート樹脂の熱安定性が低下したり、光ディスクの金属膜が腐食するようになるので望ましくない。従って含有する塩素の量は10ppm以下であることが好ましく、5ppm以下であるのが特に好ましい。この含有塩素量は、三菱化学(株)製の全有機ハロゲン分析装置TOX10型を用い、所定量のサンプルを燃焼し、燃焼ガスを脱水した後酢酸セルにより電位差滴定する方法で求めた。含有塩素量が10ppm以下の上記ポリカーボネート樹脂を製造するには、例えばエステル交換反応によって製造するか、界面重縮合反応により製造する場合には、造粒時に乾燥し易い多孔性の粉粒体になし、充分に乾燥するか、造粒時又は造粒後に塩素系溶媒を、非塩素系溶媒で置換する等の方法によって製造することができる。

【0016】上記ポリカーボネート樹脂は、含有するオリゴマー量が10%以下であることが好ましく、5%以下が特に好ましい。オリゴマー量が10%より多くなると、成形時に金型表面を汚染し、転写性が悪化するようになり、目的とする光ディスク基板が得られ難くなる。ポリカーボネート樹脂中のオリゴマー量を上記範囲にするには、重縮合条件を厳密に制御してオリゴマーのポリマー化を促進することが必要である。界面重縮合反応で

はアルカリ濃度、反応温度、反応時間及び触媒量の最適化が重要であり、エステル交換反応では反応温度、減圧度及び反応時間の最適化が重要である。オリゴマー含量が上記範囲を越えている場合には、例えばオリゴマー抽出等の手段により除去すればよい。この抽出はポリカーボネート樹脂の溶液（例えば塩化メチレン溶液）を、その樹脂の貧溶媒又は非溶媒（例えばアセトン、エタノール等）中に滴下する方法、ポリカーボネート樹脂を貧溶媒又は非溶媒に浸漬してオリゴマーを抽出する等の手段によって実施することができる。本発明でいうオリゴマー量は東ソー（株）製TSK gel G2000HXLとG3000HXLカラム各1本を直列に繋ぎ、溶離液としてクロロホルムを用い、流量0.7ml/分で安定化した後ポリカーボネート樹脂のクロロホルム溶液を注入する方法で測定したGPCチャートのリテンションタイムが19分以降のオリゴマーピーク面積の合計の全ピーク面積に対する割合である。

【0017】上記ポリカーボネート樹脂の比粘度、未溶解粒子含量及び吸水率の全てが上記規定量を満足することにより、更に好ましくは全光線透過率、斜め入射複屈折位相差値、光弾性定数値、塩素含量及びオリゴマー含量が上記規定値を満足することにより、目的とする2, 2-ビス（3-メチル-4-ヒドロキシフェニル）プロパンからのポリカーボネート樹脂を用いてビットを正確に転写し、エラーレート（BLER）が良好な且つ吸湿によるソリの少ない光ディスク基板の提供をはじめて可能にしたのであって比粘度、オリゴマー含量、未溶解粒子含量及び吸水率のいずれか一つの値がはずれても目的を達成することはできない。

【0018】本発明の光ディスク基板は、上記ポリカーボネート樹脂を例えば射出成形法、圧縮成形法、押出成形法、溶液キャスト法等任意の方法で成形することにより得ることができる。なかでも射出成形法が好ましい。本発明の光ディスク基板の製造に用いる射出成形は、通常の光ディスク成形用の精密射出成形機を用いてクリーンルーム内にて行われる。クリーンルームのクリーン度はクラス1000以下にするのが好ましい。射出成形時の型締力は10トン以上にすべきである。型締め力が10トンより低いと、金型が緩み、所定の形状の光ディスク基板が得られなくなる。また成形時の樹脂温度即ちシリング温度を290～330℃にし且つ金型温度を60～110℃の範囲にする必要があり、樹脂温度を300～320℃にし且つ金型温度を80～100℃にするのが好ましい。樹脂温度を290℃より低温にするか又は金型温度を60℃より低温にすると、金型表面での樹脂の熔融流動性が低下し、得られる光ディスク基板の斜め入射複屈折位相差が大きくなり、またビットの深さが不足するようになる。樹脂温度を330℃より高くするか又は金型温度を110℃より高くすると、得られる光ディスク基板の冷却に時間がかかり、成形サイクル

が長くなるばかりでなく離型時に樹脂が充分に固まらず、得られる光ディスク基板に反りが生じるようになる。更に加えるに射出速度を50～700mm/秒にするのが好ましい。50mm/秒未満では金型内での樹脂の流動性が悪く、転写性や複屈折等が悪化するようになり、700mm/秒を越えるとバリが生じたり、ガス焼けやシルバー等が発生し易くなる。また保圧（2次圧）を25～60kg/cm²にするのが好ましい。25kg/cm²より低くするとヒケが生じ易くなり、60kg/cm²より高くすると光ディスク基板に大きな応力がかかり、歪が残るようになり、光学特性の優れた光ディスク基板が得られ難くなる。

【0019】本発明の光ディスク基板を成形するに当り、上記ポリカーボネート樹脂に燐系安定剤を配合することができ、こうすることは好ましいことである。燐系安定剤としては亜燐酸エステル及び燐酸エステルが好ましく使用される。亜燐酸エステルとしては例えばトリフェニルホスファイト、トリスノニルフェニルホスファイト、トリス（2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル）ホスファイト、トリデシルホスファイト、トリオクチルホスファイト、トリオクタデシルホスファイト、ジデシルモノフェニルホスファイト、ジオクチルモノフェニルホスファイト、ジイソプロピルモノフェニルホスファイト、ジステアリルペンタエリスリトールジホスファイト、モノブチルジフェニルホスファイト、モノデシルジフェニルホスファイト、モノオクチルジフェニルホスファイト、ビス（2, 6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェニル）ペンタエリスリトールジホスファイト、2, 2-メチレンビス（4, 6-ジ-tert-ブチルフェニル）オクチルホスファイト、ビス（ノニルフェニル）ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス（2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル）ペンタエリスリトールジホスファイト、テトラキス（2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル）-4, 4-ジフェニレンホスホナイト等の亜燐酸のトリエステル、ジエステル、モノエステル等があげられ、なかでもトリスノニルフェニルホスファイト、ジステアリルペンタエリスリトールジホスファイト等が好ましい。燐酸エステルとしては例えばトリブチルホスフェート、トリメチルホスフェート、トリエチルホスフェート、トリクレジルホスフェート、トリフェニルホスフェート、トリクロルフェニルホスフェート、トリブトキシエチルホスフェート、ジフェニルクレジルホスフェート、ジフェニルモノオルソキセニルホスフェート、ジブチルホスフェート、ジオクチルホスフェート、ジイソプロピルホスフェート等があげられ、なかでもトリフェニルホスフェート、トリエチルホスフェート等が好ましい。これら燐系安定剤は単独で使用しても、二種以上組合せて使用してもよい。これら燐系安定剤の配合量は、あまりに少ないと充分な安定化効果特に熱安定化効果が得られ難く、あまりに多いと長期保存時に光ディスク基

板の劣化を促進させるようになるので、燐系安定剤を燐原子に換算して1~150ppm含有される量が適当である。亜燐酸エステル系安定剤を用いるときは特別な注意が肝要であり、長期保存時の劣化という点では用いないのが好ましいが、初期劣化の抑制には有効であるので、極く少量用いるのが好ましく、燐原子に換算して1~25ppm程度用いるのが好ましい。燐酸エステル系安定剤では長期保存時の劣化に対して亜燐酸エステル系程悪影響はなく、燐原子に換算して1~150ppm用いるのが好ましく、さらに好ましくは1~100ppmである。

【0020】更に、本発明の光ディスク基板を成形するに当り、上記ポリカーボネート樹脂に多価アルコールの高級脂肪酸エステルを配合することができる。この高級脂肪酸エステルを配合することにより、ポリカーボネート樹脂の熱安定性が向上し、成形時の樹脂の流動性がよくなり、更に成形後の金型からの光ディスク基板の離型性が改良されて離型不良による光ディスク基板の変形が防止できる。かかる高級脂肪酸エステルとしては、炭素原子数2~5の多価アルコールと炭素原子数10~30の飽和脂肪酸との部分エステル又は全エステルが好ましい。この多価アルコールとしてはグリコール類、グリセロール、ペンタエリスリトール等があげられる。この高級脂肪酸エステルの配合量は、ポリカーボネート樹脂に50~2000ppm含有される量が好ましい。50ppmより少ないと上記効果が得られず、2000ppmより多いと金型表面の汚れの原因になるので好ましくない。

【0021】

【発明の実施の形態】以下に実施例をあげて本発明を更に説明する。実施例中の部及び%は重量部及び重量%であり、評価は下記の方法によった。

(1) 比粘度：ポリカーボネート樹脂0.7gを塩化メチレン100mlに溶解して20℃で測定した。

(2) オリゴマー含量(%)：東ソー(株)製CPCカラムTSKゲルG2000HXLとTSKゲルG3000HXLを用い、溶離液としてクロロホルムを流量0.7ml/分で流しながら試料50mgをクロロホルム5mlに溶解した溶液を20μl注入する方法で求めたGPCチャートのリテンションタイムが19分以降のオリゴマー成分のピーク面積の全ピーク面積に対する割合を%で示した。

(3) 塩化メチレン未溶解粒子数(個/g)：ポリカーボネート樹脂20gを塩化メチレン1リットルに溶解した溶液をハイアックロイコ社製液体パーティクルカウンターモデル4100を用いたレーザーセンサー法にて散乱光をラテックス粒子の散乱光に換算する方法で求めた。

(4) 吸水率(%)：ASTM D-0570によって測定した。

(5) 全光線透過率(%)：日本電色(株)製シグマ80を用いてASTM D-1003により測定した。

(6) 斜め入射複屈折位相差(nm)：オーク社製エリブソ

メータADR-200B自動複屈折測定装置を用いて入射角30°で測定した。

(7) 光弾性定数($\times 10^{-13}$ cm²/dyn)：理研計器(株)製の光弾性測定装置PA-150により測定した。

(8) 含有塩素量(ppm)：三菱化学(株)製の全有機ハロゲン分析装置TOX10型を用い、サンプルを燃焼し、燃焼ガスを脱水した後酢酸セルにより電位差滴定して求めた。

(9) ビット深さ(nm)：ビット深さ112nmのスタンパーを用い、射出成形機[住友重機械工業(株)製DISK3]で厚さ1.2mm、直径120mmの基板を成形し、円板中心より40mmの位置のビット深さをセイコー電子工業(株)製の原子間力顕微鏡にて測定し、ビット深さ100nm以上を合格とした。

(10) BLER：(9)で成形した円板の片面にアルミニウム膜をスパッタリングにより付与し、CDP-3000を用いてBLER(C1ピーク)を測定した。

(11) 反り(μm)：(9)で成形した円板の片面にアルミニウム膜をスパッタリングにより付与し、80℃で85%RHの恒温恒湿機中に、1,000時間放置した後、小野測器(株)製LM-1200光ディスク検査装置を用いて測定し、0.25μm以下を合格とした。

【0022】[実施例1~3]

A. ポリカーボネート樹脂の合成

攪拌機、温度計及び還流冷却機を備えた反応槽に48.5%の水酸化ナトリウム水溶液2691部及び水18462部を仕込み、窒素ガスを30分間バブリングして脱酸素した。これに2,2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン2387部及びヒドロサルファイト2.52部を溶解し、同様に窒素ガスバブリングで脱酸素した塩化メチレン12681部を加えて20℃でホスゲン1200部を60分かけて吹込んだ。次いで同様にして脱酸素した48.5%水酸化ナトリウム溶液769部とp-tert-ブチルフェノール69.9部を加えて乳化させた後トリエリルアミン6.5部を加えて30℃で約2時間攪拌して反応を終了した。反応終了後有機相を分取し、水洗後塩酸酸性にして水洗を繰返して水相の導電率がイオン交換水のそれと等しくなった時点で水洗を終了し、軸受け部に異物取出口を有する隔離室を設けたニーダーにより塩化メチレンを蒸発してポリカーボネート樹脂を得た。この樹脂の比粘度は0.279、吸水率は0.14%、含有塩素量は5ppm、オリゴマー含量は3.5%であった。

【0023】B. 光ディスク基板の作製

上記のポリカーボネート樹脂2370部にトリス(2,4-ジ-tert-ブチルフェニル)ホスファイト0.071部(燐原子で1.4ppm)、リン酸トリメチル0.119部(燐原子で11ppm)及びステアリン酸モノグリセリド1.07部(450ppm)を加え、ビット深さ1

11

12mmのスタンパーを用い、射出成形機〔住友重機械工業(株)製DISK3〕により表1に示す成形条件で厚さ1.2mm、直径120mmのディスク基板を射出成形した。なお射出速度は100mm/秒、保圧は40kg/cm²であり、得られたディスク基板の未溶解粒子は粒子換算直径0.5μm以上のものが24,500個/g、1μm以上のものが200個/g、全光線透過率は89%、光弾性定数の値は 55×10^{-13} cm²/dynであり、その他の特性は表1に示した。

【0024】〔実施例4〕実施例1で合成したポリカーボネート樹脂100部に、リン酸トリメチル0.01部(燐原子で22ppm)及びステアリン酸モノグリセリド0.045部(450ppm)を加え、実施例1と同様にディスク基板を射出成形した。得られたディスク基板の未溶解粒子は粒子換算直径0.5μm以上のものが24,500個/g、1μm以上のものが200個/g、全光線透過率は89%、光弾性定数の値は 55×10^{-13} cm²/dynであり、その他の特性は表1に示した。

【0025】〔比較例1〕金型温度を50℃にする以外は実施例2と同様に射出成形し、得られたディスク基板の特性を表1に示した。BLERが320個/秒と大きく、ビット深さも不十分で、反りも大であった。

【0026】〔比較例2〕造粒工程で異物取出し用の隔離室を設けていない通常のニーダーを用いる以外は実施例1と同様に造粒した。この樹脂の比粘度は0.279、吸水率は0.16%、含有塩素量は6ppm、オリゴマー含量は3.3%であった。次いで実施例1と同様に射出成形し、得られたディスク基板の全光線透過率は89%、光弾性定数の値は 56×10^{-13} cm²/dynであり、その他の特性を表1に示した。未溶解粒子が多く、ディスク基板のBLERが490個/秒と大きい値になった。

【0027】〔比較例3〕型締力を9tにし、シリンダ温度を300℃にする以外は実施例1と同様に射出成形したところ、バリ発生のため良好なディスク基板は得られなかった。

【0028】〔比較例4〕型締力を12tにし、シリンダ温度を280℃にする以外は実施例1と同様に射出成形し、得られたディスク基板の特性を表1に示した。斜め入射複屈折位相差の値が大になり、BLERが350

12

個/秒と大きく、ビット深さも不十分で、反りも大であった。

【0029】〔比較例5〕型締力を12tにし、シリンダ温度を340℃にする以外は実施例1と同様に射出成形し、得られたディスク基板の特性を表1に示した。反りが大であった。

【0030】〔比較例6〕シリンダ温度を350℃にし、金型温度を120℃にする以外は実施例2と同様に射出成形し、得られたディスク基板の特性を表1に示した。反りが大であった。

【0031】〔比較例7〕p-tert-ブチルフェノールの使用量を100.6部にする以外は実施例1-Aと同様にポリカーボネート樹脂を合成した。この樹脂の比粘度は0.198、吸水率は0.15%、含有塩素量は5ppm、オリゴマー含量は4.8%であった。この樹脂を用いて実施例3と同様に射出成形したところ、離型時に割れが生じディスク基板を得ることはできなかった。

【0032】〔比較例8〕p-tert-ブチルフェノールの使用量を55.9部にする以外は実施例1-Aと同様にポリカーボネート樹脂を合成した。この樹脂の比粘度は0.420、吸水率は0.16%、含有塩素量は5ppm、オリゴマー含量は3.0%であった。この樹脂を用いて実施例1と同様に射出成形した。得られたディスク基板の全光線透過率は89%、光弾性定数の値は 56×10^{-13} cm²/dynであり、その他の特性は表1に示した。斜め入射複屈折位相差の値が大になり、BLERが380個/秒と大きく、ビット深さも不十分で、反りも大であった。

【0033】〔比較例9〕ビスフェノールAにホスゲンを反応させて得た比粘度が0.283、吸水率が0.23、光弾性定数が80、含有塩素量が7ppm、オリゴマー含量が3.2%のポリカーボネート樹脂〔帝人化成(株)製AD5503〕を用いて実施例2と同様に射出成形し、得られたディスク基板の全光線透過率は89%、光弾性定数の値は 80×10^{-13} cm²/dynであり、その他の特性を表1に示した。斜め入射複屈折位相差の値が大になり、ビット深さも不十分で、反りも大であった。

【0034】
〔表1〕

13

14

	ポ リ マ ー 特 性				成 形 条 件			デ ィ ス ク 特 性			
	比粘度	未溶解粒子		吸 水 率	型締力	樹脂温度	金型温度	斜め入射 複屈折位 相違(mm)	ビットの 深さ (mm)	BLER (個/秒)	反り (mm)
		≥0.5 μ (個/g)	≥1 μ (個/g)								
実施例1	0.279	24500	200	0.14	25	320	90	40	106	38	0.15
実施例2	0.279	24500	200	0.14	12	300	70	40	100	42	0.20
実施例3	0.279	24500	200	0.14	12	300	80	40	102	45	0.15
比較例1	0.279	24500	200	0.14	12	300	50	40	95	220	0.30
比較例2	0.279	48000	800	0.16	25	320	90	40	105	490	0.20
比較例3	0.279	24500	200	0.14	9	300	90	バリ発生のため良好な成形品得られず			
比較例4	0.279	24500	200	0.14	12	280	90	65	95	250	0.30
比較例5	0.279	24500	200	0.14	12	340	90	40	110	230	0.35
比較例6	0.279	24500	200	0.14	12	350	120	45	115	280	0.30
比較例7	0.198	—	—	0.15	12	300	80	割れて成形品得られず			
比較例8	0.420	26000	300	0.16	25	320	90	60	80	380	0.35
比較例9	0.283	25000	180	0.23	12	300	70	65	98	55	0.15
実施例4	0.279	24500	200	0.14	12	300	80	40	103	43	0.15

【0035】

*レート (BLER) が良好で且つ吸湿による反りの少な

【発明の効果】本発明によれば、2, 2-ビス (3-メチル-4-ヒドロキシフェニル) プロパンからのポリカ 20 は格別なものである。

一ポネート樹脂を用いてビットを正確に転写し、エラー*

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] this invention relates to an optical disk substrate and its manufacture method. Furthermore, in detail, there is little curvature by moisture absorption, a pit is imprinted correctly and an error rate (BLER) is related with a good optical disk substrate and its manufacture method.

[0002]

[Description of the Prior Art] The polycarbonate resin which carbonate precursors, such as a phosgene and diphenyl carbonate, are made to react to 2 and 2-screw (4-hydroxyphenyl) propane (common-name bisphenol A) as typical polycarbonate resin conventionally, and is obtained is broadly used as engineering plastics, although excelled in transparency, thermal resistance, the mechanical property, the dimensional accuracy, etc. therefore. Moreover, it is used so much in recent years as optical disk substrate material, especially a compact disk material for music. As the manufacture method of this optical disk substrate, carrying out injection molding of the screw (hydroxyphenyl) alkane system polycarbonate resin of specific molecular weight at the resin temperature of 330-400 degrees C and 50-110 degrees C of die temperatures is proposed (JP,63-56043,B). However, the polycarbonate resin from bisphenol A has a large birefringence, and has the problem of being easy to generate curvature. These problems are very serious problems for using for an optical disk substrate with more nearby amount of information than the compact disk for music, and unless these problems are solved, using for this optical disk substrate is difficult problems.

[0003] Moreover, the polycarbonate resin which a carbonate precursor is made to react to 2 and 2-screw

(3-methyl-4-hydroxyphenyl) propane, and is obtained has a small birefringence as compared with the polycarbonate resin from bisphenol A, is excellent in transparency, solution stability, and the mechanical characteristic, and is used for the electrophotography photo conductor field. Moreover, the optical disk substrate use is also proposed in recent years using the outstanding optical property (JP,62-39624,A). However, when the above-mentioned injection-molding conditions were applied to this polycarbonate resin, there are problems, like the shortage of imprint nature of the pit from a stamper and an error rate (BLER) are large, and a good optical disk substrate was not obtained by the conventional injection-molding method.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The purpose of this invention imprints a pit correctly using the polycarbonate resin from 2 and 2-screw (3-methyl-4-hydroxyphenyl) propane, and an error rate (BLER) is to offer an optical disk substrate with few cambers by good **** moisture absorption.

[0005] As a result of attaining this purpose and repeating research wholeheartedly, using the above-mentioned polycarbonate resin which fulfilled very severe specific conditions, by adopting specific injection-molding conditions, this invention person found out that the above-mentioned purpose could be attained for the first time, and reached this invention.

[0006]

[Means for Solving the Problem] 1 of this invention is formed from the polycarbonate resin which a carbonate precursor is made to react to the dihydric phenol which is mainly concerned with 2 and 2-screw (3-methyl-4-hydroxyphenyl) propane, and is obtained. The specific viscosity measured in 20 degrees C of the solution which dissolved the 0.7g in 100ml of methylene chlorides is 0.2-0.4. this polycarbonate resin -- (A) -- (B) The non-dissolved particle measured in the methylene-chloride solution is 1g of polycarbonate resin. Hit particle conversion diameter of 0.5 micrometers The above thing 25,000 or less pieces, 1 micrometer The optical disk substrate characterized by being formed with the resin with which are satisfied that the above thing is 500 or less pieces, and the (C) water absorption is 0.2 or less % of the weight is started.

[0007] 2 of this invention the polycarbonate resin which a carbonate precursor is made to react to the dihydric phenol which is mainly concerned with 2 and 2-screw (3-methyl-4-hydroxyphenyl) propane, and is obtained -- it is -- (A) -- the 0.7g In 20 degrees C of the solution which dissolved in 100ml of methylene chlorides the measured specific viscosity -- 0.2-0.4 -- it is -- (B) -- the non-dissolved particle measured in the methylene-chloride solution -- 1g of polycarbonate resin per -- particle conversion diameter of 0.5 micrometers The above 25,000 or less things 1 micrometer It is the manufacture method of the optical disk substrate characterized by carrying out injection molding of the polycarbonate resin whose (C) water absorption the above thing is 500 or less pieces, and is 0.2 or less % of the weight at the mold locking force of 10-60t, the resin temperature of 290-330 degrees C, and 60-110 degrees C of die temperatures.

[0008] By this invention, the polycarbonate resin which is the material of an optical disk substrate makes a carbonate precursor react to the dihydric phenol which is mainly concerned with 2 and 2-screw (3-methyl-4-hydroxyphenyl) propane, and is obtained. 2 and 2-screw (3-methyl-4-hydroxyphenyl) propane used here has the desirable thing of 99.0% or more of high grade which

removed the impurity which carries out a byproduction at the time of the composition as much as possible. The obtained polycarbonate resin comes to color at less than 99.0%. Moreover, you may replace a part of 2 and 2-screw (3-methyl-4-hydroxyphenyl) propane by other dihydric phenols in the range (usually 20-mol % less than, preferably ten-mol % less than) which does not deviate from the main point of this invention. As other dihydric phenols, for example, 2 and 2-screw (4-hydroxyphenyl) propane (common-name bisphenol A), A 2 and 2-screw (4-hydroxy-3-ethyl phenyl) propane, 2, and 2-screw (4-hydroxy-3-propyl phenyl) propane, 2 and 2-screw (4-hydroxy-3-sec-buthylphenyl) propane, 2 and 2-screw (4-hydroxy-tert-buthylphenyl) propane, 4, and 4-screw (4-hydroxyphenyl) heptane, 2, and 2-screw (4-hydroxyphenyl) butane, 2, and 2-screw (4-hydroxyphenyl) pentane etc. is raised. Moreover, 3 little organic-functions compounds can also be used together. A phosgene, diphenyl carbonate, etc. are raised as a carbonate precursor made to react to the above-mentioned dihydric phenol. [0009] The reaction adopted in case the reaction which manufactures polycarbonate resin from the above-mentioned dihydric phenol and a carbonate precursor manufactures the polycarbonate resin from usual bisphenol A, for example, the interfacial polycondensation reaction of a dihydric phenol and a phosgene, and the ester exchange reaction of a dihydric phenol and diphenyl carbonate are adopted preferably.

[0010] At an interfacial polycondensation reaction, it usually reacts to the bottom of existence of an acid binder and an organic solvent. As an acid binder, the hydroxide of alkali metal, such as a sodium hydroxide and a potassium hydroxide, a pyridine, etc. are used. Halogenated hydrocarbons, such as a methylene chloride and a chlorobenzene, are used as an organic solvent. Moreover, it is desirable to be able to use catalysts, such as a tertiary amine and quarternary ammonium salt, because of reaction promotion, and to use end halt agents, such as a phenol and an alkylation phenol like p-tert-butylphenol, as a molecular weight modifier. It is desirable that reaction temperature keeps pH in several minutes - 5 hours and a reaction, and reaction time usually keeps it or more at ten to 0-40 degrees C.

[0011] A dihydric phenol and diphenyl carbonate are mixed under existence of inert gas, and it is made to usually react at 120-350 degrees C under reduced pressure according to an ester exchange reaction. The degree of reduced pressure is changed gradually and makes the phenols which finally set to 1 or less mmHg, and were generated distill off out of a system. Reaction time is usually about 1 - 4 hours. Moreover, you may add a molecular weight modifier and an antioxidant if needed.

[0012] The polycarbonate resin obtained in this way requires that the specific viscosity should be 0.2-0.4, and 0.25-0.33 are desirable. If the optical disk substrate from which specific viscosity is obtained less than by 0.2 becomes weak and specific viscosity becomes high from 0.4, a melting fluidity will get worse, poor forming is produced, and a good optical disk substrate becomes is hard to be obtained optically. This specific viscosity is 0.7g of polycarbonate resin. What is necessary is to be the specific viscosity which dissolved in 100ml of methylene chlorides, and was measured at 20 degrees C, and for control of the melt viscosity of the system of reaction, control of the amount of distillate phenols, etc. just to adjust by the ester-interchange method that what is necessary is just to use the end halt agent of the specified quantity by the phosgene method, in order to manufacture the polycarbonate resin of the above-mentioned specific viscosity.

[0013] Moreover, the non-dissolved particle number measured by using the above-mentioned polycarbonate resin as a methylene-chloride solution must be below a specific value. 20g of namely, polycarbonate resin 0.5 micrometers of diameters of the non-dissolved particle which asked for the scattered light by the method of converting into the scattered light of a latex particle by the laser-in solution which dissolved in 1l. of methylene chlorides sensor method using the liquid particle counter model 4100 by the high AKKU leuco company The above thing is 1g of polycarbonate resin. It is 25,000 or less hits, and is 1 micrometer. It is required for the above thing to be 500 or less pieces. 0.5 micrometers The above non-dissolved particle exceeds 25,000 pieces, and it is 1 micrometer. If the above non-dissolved particle exceeds 500 pieces, it will have a bad influence on the information pit written in the optical disk, and an error rate (BLER) will become large. Furthermore, it is 0.5 micrometers preferably. The above non-dissolved particle is 20,000 or less pieces, and it is 1 micrometer. The above non-dissolved particle is 200 or less pieces. Moreover, 10 micrometers The above non-dissolved particle should not exist substantially. or [that a non-dissolved particle does not mix in polycondensation process and granulation process in order for a non-dissolved particle weight to manufacture the above-mentioned polycarbonate resin below the amount of conventions] -- or you should adopt the means which can be removed It may corn with the equipment (for example, granulating machine of spray-dryer form) of the structure where a resin particle cannot be touched, into operating it as this means in a clean room, using the granulator (kneader who prepared the isolated room which has foreign matter output port in the bearing used in the below-mentioned example 1 as an example) to which the stripper of a non-dissolved particle was attached, and a sliding portion. Moreover, the method of filtering the solution of a resin with the small filter of an opening (0.5-1 micrometer) as a means to remove a non-dissolved particle, the way fuse a resin and a filter (10-40 micrometers of openings) removes a particle, etc. are adopted.

[0014] Furthermore, the above-mentioned polycarbonate resin is ASTM. It is required for the water absorption measured by D-0570 to be 0.2 or less % of the weight, and it is desirable that it is 0.17 or less % of the weight. If a water absorption exceeds 0.2 % of the weight, the optical disk which gave the metal membrane on the front face of an optical disk substrate will become easy to produce curvature by water absorption, and will become easy to start a tracking error. Especially a desirable water absorption is 0.15 or less % of the weight.

[0015] Moreover, the sigma 80 by Nippon Denshoku Co., Ltd. is used, and it is ASTM. It is desirable that all the light transmissions measured by D-1003 are 85% or more, and it is more desirable that it is 90% or more. Moreover, it is desirable that the value of the oblique-incidence birefringence phase contrast measured with the incident angle of 30 degrees using automatic birefringence measuring device ellipsometer ADR-200B by the oak company is 60nm or less, and it is more desirable that it is 40nm or less. When the value of this oblique-incidence birefringence phase contrast exceeded 60nm and it is used as an optical disk, it comes to cause trouble to the read of record. Furthermore, the value of the opto elastic constant measured using

photoelasticity measuring device PA-150 by Riken Keiki Co., Ltd. is $60 \times 10^{-13} \text{ cm}^2 / \text{dyn}$. It is desirable that it is the following and they are $50 \times 10^{-13} \text{ cm}^2 / \text{dyn}$. It is more desirable that it is the following. When it manufactures by the interfacial polycondensation reaction which the above-mentioned polycarbonate resin uses a phosgene as a carbonate precursor, and uses chlorine-based solvents, such as a methylene chloride, as a solvent, chlorine remains not a little. if there are many amounts of survival of this chlorine -- fabrication -- since metal mold corrodes, the thermal stability of polycarbonate resin falls or the metal membrane of an optical disk comes to corrode, it is not desirable Therefore, it is desirable that it is 10 ppm or less, and the amount of the chlorine to contain is 5 ppm. It is desirable that it is especially the following. Using the total Mitsubishi Chemical organic halogen analysis apparatus TOX10 type, this content chlorinity burned the sample of the specified quantity, and after it dehydrated combustion gas, it was calculated by the method of carrying out potentiometric titration by the acetic-acid cell. Content chlorinity is 10 ppm. When manufacturing according to an ester exchange reaction or manufacturing by the interfacial polycondensation reaction in order to manufacture the following above-mentioned polycarbonate resin for example, it makes to the porous particulate matter which is easy to dry at the time of a granulation, and it can fully dry or can manufacture by the method of a non-chlorine-based solvent replacing a chlorine-based solvent after the time of a granulation, or a granulation.

[0016] As for the above-mentioned polycarbonate resin, it is desirable that the amount of oligomer to contain is 10% or less, and it is desirable. [especially 5% or less of] if the amount of oligomer increases more than 10% -- the time of fabrication -- metal mold -- a front face is polluted, imprint nature comes to get worse, and the optical disk substrate made into the purpose becomes is hard to be obtained In order to make the amount of oligomer in polycarbonate resin into the above-mentioned range, it is required to control polycondensation conditions strictly and to promote polymer-ization of oligomer. At an interfacial polycondensation reaction, optimization of alkali concentration, reaction temperature, reaction time, and the amount of catalysts is important, and optimization of reaction temperature, the degree of reduced pressure, and reaction time is important in an ester exchange reaction. What is necessary is for meanses, such as for example, oligomer extraction, just to remove, when the oligomer content is over the above-mentioned range. This extraction can be flooded with a poor solvent or a non-solvent in the method and polycarbonate resin which trickle the solution (for example, methylene-chloride solution) of polycarbonate resin into the poor solvent of the resin, or non-solvents (for example, an acetone, ethanol, etc.), and can be carried out by the means of extracting oligomer. the amount of oligomer as used in the field of this invention -- the TOSOH CORP. make -- after connecting each TSKgelG2000HXL and one G3000HXL column in series and stabilizing by part for flow rate/of 0.7ml, using chloroform as an eluate, the retention time of the GPC chart measured by the method of pouring in the chloroform solution of polycarbonate resin is a rate over all the peak areas of the sum total of the oligomer peak area after 19 minute

[0017] When all the specific viscosity of the above-mentioned polycarbonate resin, the non-dissolved particle contents, and water absorptions satisfy the above-mentioned amount of conventions Furthermore, when all light transmissions, an oblique-incidence birefringence phase contrast value, an opto-elastic-constant value, a chlorine content, and an oligomer content satisfy the above-mentioned default value preferably A pit is correctly imprinted using the polycarbonate resin from 2 and 2-screw (3-methyl-4-hydroxyphenyl) propane made into the purpose. The purpose cannot be attained, even if the error rate (BLER) enabled offer of an optical disk substrate with few cambers by good **** moisture absorption for the first time and specific viscosity, an oligomer content, a non-dissolved particle content, and any one value of the water absorption separate.

[0018] The optical disk substrate of this invention can be obtained by fabricating the above-mentioned polycarbonate resin by arbitrary methods, such as for example, an injection-molding method, compression forming, an extrusion method, and the solution casting method. An injection-molding method is desirable especially. Injection molding used for manufacture of the optical disk substrate of this invention is performed in a clean room using the precision injection molding machine for the usual optical disk fabrication. As for the air cleanliness class of a clean room, it is desirable to make it 1000 or less class. You should make the mold locking force at the time of injection molding 10t or more. If the mold-clamp force is lower than 10t, metal mold will loosen and the optical disk substrate of a predetermined configuration will no longer be obtained. Moreover, it is desirable for it to be necessary to make it into 290-330 degrees C, the resin temperature, i.e., the cylinder temperature, at the time of fabrication, and to make a die temperature into the range of 60-110 degrees C, and to make resin temperature into 300-320 degrees C, and to make a die temperature into 80-100 degrees C. if resin temperature is made into low temperature from 290 degrees C or a die temperature is made into low temperature from 60 degrees C -- metal mold -- the melting fluidity of the resin in a front face falls, the oblique-incidence birefringence phase contrast of the optical disk substrate obtained becomes large, and the depth of a pit comes to run short If resin temperature is made higher than 330 degrees C or a die temperature is made higher than 110 degrees C, cooling of the optical disk substrate obtained takes time, a resin will not fully become hard at the time of mold release a molding cycle not only becomes long, but, but curvature will come to arise in the optical disk substrate obtained. Furthermore, it is desirable to carry out [second] an injection speed in 50-700mm /in addition. less than 50mm/[in a second] -- metal mold -- the fluidity of the resin inside is bad and imprint nature, a birefringence, etc. come to get worse, and if a second is exceeded in 700mm /, a barricade will arise, or it becomes easy to generate gas burning, silver, etc. Moreover, it is dwelling (secondary **) 25 - 60 kg/cm² Carrying out is desirable. 25 kg/cm² If it is made low, it will become easy to produce HIKE, and it is 60 kg/cm². If it is made high, big stress will be applied to an optical disk substrate, distortion comes to remain, and the optical disk substrate which was excellent in the optical property becomes is hard to be obtained.

[0019] It is desirable in fabricating the optical disk substrate of this invention to be able to blend a phosphorus system stabilizer with the above-mentioned polycarbonate resin, and to carry out like this. As a phosphorus system stabilizer, a phosphite and a phosphoric ester are used preferably. As a phosphite, for example, triphenyl phosphite, tris nonylphenyl phosphite, Tris (2, 4-G tert-buthylphenyl) phosphite, tridecyl phosphite, Trioctyl phosphite, trio KUTADE sill phosphite, JIDESHIRU monochrome phenyl phosphite, Dioctyl monochrome phenyl phosphite, diisopropyl monochrome phenyl phosphite,

Distearyl pentaerythritoldiphosphite, monobutyl diphenyl phosphite, Monochrome desyl diphenyl phosphite, monochrome octyl diphenyl phosphite, Screw (2, 6-G tert-butyl-4-methylphenyl) pentaerythritoldiphosphite, 2 and 2-methylene screw (4, 6-G tert-butylphenyl) octylphosphite, Bis(nonylphenyl) pentaerythritoldiphosphite, screw (2, 4-G tert-butylphenyl) pentaerythritoldiphosphite, The triester of phosphorous acids, such as tetrakis (2, 4-G tert-butylphenyl) -4 and 4-diphenylene phospho night A diester, a monoester, etc. are raised and tris nonylphenyl phosphite, distearyl pentaerythritoldiphosphite, etc. are desirable especially. As a phosphoric ester, tributyl phosphate, trimethyl phosphate, triethyl phosphate, tricresyl phosphate, triphenyl phosphate, TORIKURORU phenyl phosphate, tributoxyethyl phosphate, a diphenyl cresyl phosphate, diphenyl MONOORUSO xenyl phosphate, dibutyl phosphate, dioctyl phosphate, diisopropyl phosphate, etc. are raised, and triphenyl phosphate, triethyl phosphate, etc. are desirable especially. Even if it uses it independently, you may use these phosphorus system stabilizer for two or more sorts, combining. Since too many loadings of these phosphorus system stabilizer will come to promote degradation of an optical disk substrate at the time of a mothball if sufficient stabilization effect, especially a heat stabilization effect will be hard to be obtained if too few, and there are, they convert a phosphorus system stabilizer into a phosphorus atom, and they are 1-150 ppm. The amount to contain is suitable. It is desirable to use a little [****], since it is effective in suppression of initial degradation, although special cautions are important when using a phosphite system stabilizer, and it is desirable not to use in respect of degradation at the time of a mothball, it converts into a phosphorus atom, and is 1-25 ppm. Using a grade is desirable. a phosphoric-ester system stabilizer -- degradation at the time of a mothball -- receiving -- like a phosphite system -- a bad influence -- there is nothing -- a phosphorus atom -- converting -- 1-150 ppm using -- desirable -- further -- desirable -- 1-100 ppm it is.

[0020] Furthermore, the higher-fatty-acid ester of polyhydric alcohol can be blended with the above-mentioned polycarbonate resin in fabricating the optical disk substrate of this invention. By blending this higher-fatty-acid ester, the thermal stability of polycarbonate resin improves, the fluidity of the resin at the time of fabrication becomes good, the mold-release characteristic of the optical disk substrate from the metal mold after fabrication is improved further, and deformation of the optical disk substrate by poor mold release can be prevented. As this higher-fatty-acid ester, the partial ester or all the ester of the polyhydric alcohol of the carbon atomic numbers 2-5 and the saturated fatty acid of the carbon atomic numbers 10-30 is desirable. Glycols, a glycerol, a pentaerythritol, etc. are raised as this polyhydric alcohol. The loadings of this higher-fatty-acid ester are 50-2000 ppm to polycarbonate resin. The amount to contain is desirable. 50 ppm if few, the above-mentioned effect will obtain -- not having -- 2000 ppm if many -- metal mold -- since it becomes the cause of surface dirt, it is not desirable

[0021]

[Embodiments of the Invention] An example is raised to below and this invention is further explained to it. The section in an example and % are weight section and weight %, and depended evaluation on the following method.

- (1) Specific viscosity : 0.7g of polycarbonate resin It dissolved in 100ml of methylene chlorides, and measured at 20 degrees C.
- (2) oligomer content (%):TOSOH CORP. make -- the solution which dissolved 50mg of samples in chloroform 5ml using CPC column TSKgelG2000HXL and TSKgelG3000HXL while pouring chloroform by part for flow rate/of 0.7ml as an eluate -- 20microl The retention time of the GPC chart for which it asked by the method of pouring in showed the rate over all the peak areas of the peak area of the oligomer component after 19 minute by %.
- (3) Methylene-chloride a non-dissolved particle number (a piece/g) : 20g of polycarbonate resin It asked for the scattered light by the method of converting into the scattered light of a latex particle by the laser-in solution which dissolved in 1l. of methylene chlorides sensor method using the liquid particle counter model 4100 by the high AKKU leuco company.
- (4) Water-absorption (%):ASTM It measured by D-0570.
- (5) All light transmissions (%) : use the sigma 80 by Nippon Denshoku Co., Ltd., and it is ASTM. It measured by D-1003.
- (6) Oblique-incidence birefringence phase contrast (nm) : it measured with the incident angle of 30 degrees using the ellipsometer ADR[by the oak company]-200B automatic birefringence measuring device.
- (7) Opto elastic constant ($\times 10^{-13}$ cm² / dyn) : it measured by photoelasticity measuring device PA-150 by Riken Keiki Co., Ltd.
- (8) Content chlorinity (ppm) : using the total Mitsubishi Chemical organic halogen analysis apparatus TOX10 type, the sample was burned, and after dehydrating combustion gas, potentiometric titration was carried out by the acetic-acid cell, and it asked.
- (9) Pit depth (nm) : using the stamper with a pit depth of 112nm, the substrate with 1.2mm [in thickness] and a diameter of 120mm was fabricated with the injection molding machine [DISK3 by Sumitomo Heavy Industries, Ltd.], from the disk center, the pit depth with a position of 40mm was measured with the atomic force microscope made from SEIKO Electronic industry, and a pit depth of 100nm or more was considered as success.
- (10) Sputtering gave the aluminum film to one side of the disk fabricated by BLER: (9), and BLER (Cl peak) was measured using CDP-3000.
- (11) one side of the disk fabricated by curvature (mm): (9) -- an aluminum film -- sputtering -- giving -- 80 degrees C -- the constant temperature of 85%RH -- after leaving it in a constant humidity in a plane for 1,000 hours, it measured to it using LM by Ono Sokki Co., Ltd.]-1200 optical-disk test equipment, and 0.25mm or less was considered as success

[0022] [Examples 1-3]

A. 48.5% of sodium-hydroxide solution 2691 section and the water 18462 section were taught to the reaction vessel equipped with the synthetic agitator, thermometer, and reflux cooler of polycarbonate resin, bubbling of the nitrogen gas was carried out for 30 minutes, and it was deoxidized. The 2 and 2-screw (3-methyl-4-hydroxyphenyl) propane 2387 section and the sodium-hydrosulfite 2.52 section were dissolved in this, the methylene-chloride 12681 section similarly deoxidized in nitrogen gas bubbling was added, and the phosgene 1200 section was blown over 60 minutes at 20 degrees C. Subsequently, the back TORIERIRU amine 6.5 section which made the 48.5% sodium-hydroxide solution 769 section and the p-tert-butylphenol 69.9

section which were deoxidized similarly add and emulsify was added, it agitated at 30 degrees C for about 2 hours, and the reaction was ended. The organic phase after a reaction end was isolated preparatively, when it was made the hydrochloric-acid acidity after rinsing, rinsing was repeated and the conductivity of the aqueous phase became equal to it of ion exchange water, rinsing was ended, the methylene chloride was evaporated by the kneader who prepared the isolated room which has foreign matter output port in a bearing, and polycarbonate resin was obtained. For the specific viscosity of this resin, 0.279 and the water absorption were [5 ppm and the oligomer content of content chlorinity] 3.5% 0.14%.

[0023] In the polycarbonate resin 2370 section of the production above of an optical disk substrate, B. The tris (2, 4-G tert-buthylphenyl) phosphite 0.071 section (they are 1.4 ppm with a phosphorus atom), The trimethyl phosphate 0.119 section (they are 11 ppm with a phosphorus atom) and the stearin acid monoglyceride 1.07 section (450 ppm) are added. The disk substrate with 1.2mm [in thickness] and a diameter of 120mm was injection molded using the stamper with a pit depth of 112nm by the process condition shown in Table 1 with an injection molding machine [DISK3 by Sumitomo Heavy Industries, Ltd.]. in addition, an injection speed -- 100mm/[a second and] and dwelling -- 40 kg/cm² it is -- the non-dissolved particle of the obtained disk substrate -- particle conversion diameter of 0.5 micrometers the above thing -- 24,500 pieces /and 1 micrometer g the above thing -- 200 pieces [g] /and all light transmissions -- the value of 89% and an opto elastic constant -- 55x10⁻¹³ cm² / dyn it is -- other properties were shown in Table 1

[0024] The trimethyl phosphate 0.01 section (they are 22 ppm with a phosphorus atom) and the stearin acid monoglyceride 0.045 section (450 ppm) were added to the polycarbonate resin 100 section compounded in the [example 4] example 1, and the disk substrate was injection molded like the example 1. the non-dissolved particle of the obtained disk substrate -- particle conversion diameter of 0.5 micrometers the above thing -- 24,500 pieces /and 1 micrometer g the above thing -- 200 pieces [g] /and all light transmissions -- the value of 89% and an opto elastic constant -- 55x10⁻¹³ cm² / dyn it is -- other properties were shown in Table 1

[0025] Except making the [example 1 of comparison] die temperature into 50 degrees C, injection molding was carried out like the example 2, and the property of the obtained disk substrate was shown in Table 1. BLER was large in 320 pieces/[a second and], the pit depth was also inadequate, and curvature was also size.

[0026] It corned like the example 1 except using the usual kneader who has not prepared the isolated room for foreign matter drawing at the [example 2 of comparison] granulation process. For the specific viscosity of this resin, 0.279 and the water absorption were [6 ppm and the oligomer content of content chlorinity] 3.3% 0.16%. subsequently, all the light transmissions of the disk substrate obtained by carrying out injection molding like an example 1 -- the value of 89% and an opto elastic constant -- 56x10⁻¹³ cm² / dyn it is -- other properties were shown in Table 1 There were many non-dissolved particles and BLER of a disk substrate became a large value in 490 pieces/[a second and].

[0027] When it injection molded like the example 1 except setting the [example 3 of comparison] mold locking force to 9t, and making a cylinder temperature into 300 degrees C, the disk substrate good for barricade generating was not obtained.

[0028] Except setting the [example 4 of comparison] mold locking force to 12t, and making a cylinder temperature into 280 degrees C, injection molding was carried out like the example 1, and the property of the obtained disk substrate was shown in Table 1. The value of oblique-incidence birefringence phase contrast became size, BLER was large in 350 pieces/[a second and], the pit depth was also inadequate, and curvature was also size.

[0029] Except setting the [example 5 of comparison] mold locking force to 12t, and making a cylinder temperature into 340 degrees C, injection molding was carried out like the example 1, and the property of the obtained disk substrate was shown in Table 1. Curvature was size.

[0030] Except making the [example 6 of comparison] cylinder temperature into 350 degrees C, and making a die temperature into 120 degrees C, injection molding was carried out like the example 2, and the property of the obtained disk substrate was shown in Table 1. Curvature was size.

[0031] Polycarbonate resin was compounded like example 1-A except making the amount of the [example 7 of comparison] p-tert-butylphenol used into the 100.6 sections. For the specific viscosity of this resin, 0.198 and the water absorption were [5 ppm and the oligomer content of content chlorinity] 4.8% 0.15%. When it injection molded like the example 3 using this resin, at the time of mold release, the crack arose and a disk substrate was not able to be obtained.

[0032] Polycarbonate resin was compounded like example 1-A except making the amount of the [example 8 of comparison] p-tert-butylphenol used into the 55.9 sections. For the specific viscosity of this resin, 0.420 and the water absorption were [5 ppm and the oligomer content of content chlorinity] 3.0% 0.16%. It injection molded like the example 1 using this resin. all the light transmissions of the obtained disk substrate -- the value of 89% and an opto elastic constant -- 56x10⁻¹³ cm² / dyn it is -- other properties were shown in Table 1 The value of oblique-incidence birefringence phase contrast became size, BLER was large in 380 pieces/[a second and], the pit depth was also inadequate, and curvature was also size.

[0033] The specific viscosity which the phosgene was made to react to [example 9 of comparison] bisphenol A, and was obtained carries out injection molding like an example 2 using the polycarbonate resin [Teijin Chemicals AD5503] which is 3.2%, and 0.283 and a water absorption are [0.23 and an opto elastic constant / 80 and content chlorinity / 7 ppm and an oligomer content] **. all the light transmissions of the obtained disk substrate -- the value of 89% and an opto elastic constant -- 80x10⁻¹³ cm² / dyn it is -- other properties were shown in Table 1 The value of oblique-incidence birefringence phase contrast became size, the pit depth was also inadequate, and curvature was also size.

[0034]

[Table 1]

	ポリマー特性				成形条件			ディスク特性			
	比粘度	未溶解粒子		吸水率 (%)	型締力 (t)	樹脂温度 (℃)	金型温度 (℃)	斜め入射 複屈折位 相差(nm)	ピットの 深さ (nm)	BLER (個/秒)	反り (mm)
		≥0.5 μ (個/g)	≥1 μ (個/g)								
実施例1	0.279	24500	200	0.14	25	320	90	40	106	38	0.15
実施例2	0.279	24500	200	0.14	12	300	70	40	100	42	0.20
実施例3	0.279	24500	200	0.14	12	300	80	40	102	45	0.15
比較例1	0.279	24500	200	0.14	12	300	50	40	95	220	0.30
比較例2	0.279	48000	800	0.16	25	320	90	40	105	490	0.20
比較例3	0.279	24500	200	0.14	9	300	90	バリ発生のため良好な成形品得られず			
比較例4	0.279	24500	200	0.14	12	280	90	65	95	250	0.30
比較例5	0.279	24500	200	0.14	12	340	90	40	110	230	0.35
比較例6	0.279	24500	200	0.14	12	350	120	45	115	280	0.30
比較例7	0.198	—	—	0.15	12	300	80	割れて成形品得られず			
比較例8	0.420	26000	300	0.16	25	320	90	60	80	380	0.35
比較例9	0.283	25000	180	0.23	12	300	70	65	98	55	0.15
実施例4	0.279	24500	200	0.14	12	300	80	40	103	43	0.15

[0035]

[Effect of the Invention] According to this invention, imprint a pit correctly using the polycarbonate resin from 2 and 2-screw (3-methyl-4-hydroxyphenyl) propane, and an error rate (BLER) is good, and offer of the few optical disk substrate of the curvature by moisture absorption is attained, and the effect which does so is exceptional.

[Translation done.]